


PRODUCTION OF TITANIUM CARBIDE

Patent number: JP53050099
Publication date: 1978-05-08
Inventor: MORI TADAKI; TSUTSUMI TOORU; OOISHI YOSHIHIDE; KAWAKAMI NOBORU
Applicant: TOYO SODA MFG CO LTD
Classification:
- **International:** **C01B31/30; C01B31/00;** (IPC1-7): C01B31/30
- **european:** C01B31/30F
Application number: JP19760124820 19761020
Priority number(s): JP19760124820 19761020

Also published as: DE2747016 (A1)**Report a data error here****Abstract of JP53050099**

PURPOSE: To obtain high purity titanium carbide with holding the molded shape by molding titanium chloride, a carbonaceous substance, and a reducing agent such as Al in advance and heating the molded product in an inert atmosphere.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

51

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



Int. Cl. 2:

C 01 B 31/30

C 22 C 29/00

DE 27 47 016 A 1

11

Offenlegungsschrift 27 47 016

21

Aktenzeichen:

P 27 47 016.2

22

Anmeldetag:

19. 10. 77

43

Offenlegungstag:

27. 4. 78

20

Unionspriorität:

32 33 31

20. 10. 76 Japan 124820-76

54

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung von Titancarbid

71

Anmelder:

Toyo Soda Manufacturing Co., Ltd., Shin-nanyo, Yamaguchi (Japan)

74

Vertreter:

Tiedtke, H., Dipl.-Ing.; Bühling, G., Dipl.-Chem.; Kinne, R., Dipl.-Ing.;
Grupe, P., Dipl.-Ing.; Pat.-Anwälte, 8000 München

72

Erfinder:

Mori, Tadaaki, Tokio; Tsutsumi, Hiroshi, Sagamihara, Kanagawa;
Oishi, Yoshihide, Koganei, Tokio; Kawakami, Noboru, Tokio (Japan)

DE 27 47 016 A 1

10

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Titancarbid, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Titanchlorid mit einer Kohlenstoffquelle und einem Metall, ausgewählt aus Aluminium, Magnesium, Natrium, Calcium und Aluminium-Titan-Legierung, umsetzt, indem man das Gemisch aus den Rohmaterialien Titanchlorid, Kohlenstoffquelle und Metall unter Bildung einer geformten Mischung mit einer Schüttdichte zwischen 1 g/ml und 5 g/ml formt und die Um-

15

20

setzung durch Erhitzen der geformten Mischung in einer Inertatmosphäre durchführt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die geformte Mischung der Rohmaterialien in einem Festbett erhitzt.

25

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die geformte Mischung der Rohmaterialien unter Fließbettbedingungen in einer Inertatmosphäre erhitzt.

30

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man Aluminium, Titantrichlorid und die Kohlenstoffquelle vermischt und formt und die geformte Mischung in einem Inertgas erhitzt.

35

XI/17

809817/0836

Dresdner Bank (München) Kto. 3639 844

Postcheck (München) Kto. 670-43-804

ORIGINAL INSPECTED

- 1 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man zum Erhitzen der geformten Mischung eine Temperatur im Bereich zwischen 700°C und 1300°C wählt.

Patentanwälte:

Dipl.-Ing. H. Tiedtke
Dipl.-Chem. G. Böhling
Dipl.-Ing. R. Kinne
Dipl.-Ing. P. Grupe

**Bavariaring 4, Postfach 20 24 03
8000 München 2**

Tel.: (0 89) 53 96 53

Telex: 5-24845 tipat

cable: Germaniapatent München

19. Oktober 1977

B 8478/case TS-149

10

**Toyo Soda Manufacturing Co., Ltd.
Shin-nanyo-shi / Japan**

15

Verfahren zur Herstellung von Titancarbid

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von Titancarbid.

20

Titancarbid wird als Superlegierung und als Rohmaterial zur Herstellung von keramischen Werkzeugen und Thermet-Werkzeugen, für die Pulvermetallurgie und die Beschichtung von hitzebeständigen Einrichtungen verwendet.

25

Bei der industriellen Arbeitsweise wurde Titancarbid durch Reduktion von Titandioxid mit einer Kohlenstoffquelle hergestellt. Es war jedoch schwierig, die Beimischung eines gewissen Sauerstoffanteils in dem erhaltenen Titancarbid zu verhindern. Selbst wenn zur Herstellung von Titancarbid die Rohmaterialien in stöchiometrischen Mengenverhältnissen vermischt wurden, erhielt man Titancarbid mit einem Defizit an dem Bestandteil Kohlenstoff. Wenn man mit der Absicht, das Defizit an dem Bestandteil Kohlenstoff zu verhindern, einen Überschuß der Kohlenstoffquelle hinzugab, erhielt

- 1 man ein Gemisch aus freiem Kohlenstoff und Titancarbid,
wobei das Titancarbid wiederum ein Defizit an dem Be-
standteil Kohlenstoff hatte. Man erhielt durch dieses
Verfahren kein hochreines Titancarbid. Bekannt ist ein
5 Verfahren zur Herstellung von Titancarbid durch Umsetzung
von Kohlenwasserstoff mit gasförmigem Titan-tetrachlorid
bei hoher Temperatur. Nach dem letztgenannten Verfahren
erhält man in der Hauptsache Titancarbid für eine Beschich-
tung, und es eignet sich nicht dazu, Titancarbid-
10 pulver mit einer gewünschten Form zu erhalten.

Die Erfinder fanden ein Verfahren, nach dem man
Titancarbid mit auffallend hoher Reinheit herstellen kann,
indem man ein unter Atmosphärendruck festes Titanchlorid
15 wie Titan-dichlorid und Titan-trichlorid mit einer Kohlen-
stoffquelle und einem Metall wie Aluminium, Magnesium,
Natrium, Calcium oder Aluminium-Titan-Legierung vermischt
und die pulverförmige Mischung erhitzt (japanische Patent-
anmeldungen 70 470/1973, 47 141/1974, 47 665/1974 und
20 935/1976).

Eine Aufgabe der Erfindung ist ein Verfahren, nach
dem auf einfache Weise hochreines Titancarbid mit sehr
guter Verarbeitbarkeit hergestellt wird.
25

Diese Aufgabe und andere Aufgaben der Erfindung
wurden gelöst, indem man ein Gemisch der Rohmaterialien
zur Herstellung von Titancarbid, so etwa das Gemisch aus
dem Titanchlorid, aus der reduzierenden Verbindung wie
30 z.B. Aluminium und aus der Kohlenstoffquelle, formte und
die geformte Mischung in einer Inertatmosphäre erhitzte,
um das Gemisch zur Reaktion zu bringen. Die Aufgaben konn-
ten auf diese Weise unter Erzielung beachtlicher Ergebnis-
se erfüllt werden.

35

809817/0838

1 Zur Verwendung im erfindungsgemäßen Verfahren sind
die Titanchloride geeignet, die bei Normaltemperatur unter
Atmosphärendruck fest sind, wie z. B. Titandichlorid und
Titantrichlorid.

5 Als Reduktionsmittel sind die Metalle Aluminium,
Magnesium, Natrium, Calcium oder Aluminium-Titan-Legierung
geeignet. Man kann für diesen Zweck ein Metall oder mehrere
Metalle einsetzen. Wenn die Aluminium-Titan-Legierung eine
10 Zusammensetzung mit einem hohen Titangehalt hat, ist es
schwierig, die Legierung zu pulverisieren, und es ergibt
sich der Nachteil, daß die Reaktionsgeschwindigkeit der
Carbidbildung niedriger ist.

15 Die Aluminium-Titan-Legierung hat geeigneterweise
folgende Zusammensetzung: 62 % bis 80 % Ti und 38 % bis
20 % Al.

20 Als Kohlenstoffquelle in dem erfindungsgemäßen Ver-
fahren können Carbon-Black, Graphit usw. eingesetzt werden.

25 Im erfindungsgemäßen Verfahren können das Titan-
chlorid, das als Reduktionsmittel dienende Metall und die
Kohlenstoffquelle in stöchiometrischen Mengenverhältnissen
eingesetzt werden. Diese Rohmaterialien werden vorzugsweise
im Reaktionssystem unter einer Inertatmosphäre bei Atmos-
phärendruck vermischt.

30 Das Hauptkennzeichen des erfindungsgemäßen Verfahrens
ist, daß man ein Gemisch der Rohmaterialien formt und dann
die geformte Mischung zur Reaktion bringt.

35 Bei der Formung des Gemischs der Rohmaterialien
wendet man einen Preßdruck an, durch den der geformten
Mischung eine zu ihrer Handhabung genügend hohe Festigkeit

- 1 verliehen wird. Wenn der bei der Formung angewandte Preß-
druck höher ist, steigt die Schüttdichte der geformten
Mischung an. Bei Verwendung einer geformten Mischung mit
hoher Schüttdichte erhöht sich vorteilhafterweise die
5 Menge der geformten Mischung pro Einheitsvolumen des Reak-
tors, und das Wachstum der Kristalle, die sich im Fall der
Sinterung des Titancarbids bilden, kann verbessert werden.
Aus der Röntgenbeugung des Sinterprodukts geht deutlich
hervor, daß es im Vergleich mit dem Produkt, das ohne
10 Formung der Rohmaterialien hergestellt wurde, eine relativ
höhere Festigkeit hat, was daran liegen kann, daß die
Sinterwirkung stärker ausgeprägt ist.

- Der Preßdruck zur Formung der Rohmaterialien liegt
15 im allgemeinen zwischen $0,2 \text{ t/cm}^2$ und 10 t/cm^2 , vorzugs-
weise zwischen $0,5 \text{ t/cm}^2$ und 4 t/cm^2 . Die Schüttdichte
der geformten Mischung liegt im allgemeinen zwischen 1 g/ml
und 5 g/ml , vorzugsweise zwischen $1,5 \text{ g/ml}$ und 3 g/ml .
Das Verhältnis der Schüttdichte der geformten Mischung zu
20 der höchsten Schüttdichte der gleichen Mischung, die mit
dem äußersten Druck zusammengepreßt wurde, kann als relative
Schüttdichte betrachtet werden. Die relative Schüttdichte
der geformten Mischung liegt im allgemeinen zwischen $1,0$
und $0,25$, vorzugsweise zwischen $0,98$ und $0,5$, insbesondere
25 zwischen $0,95$ und $0,6$.

- Wenn die Schüttdichte oder die relative Schüttdichte
der geformten Mischung zu niedrig ist, hat die geformte
Mischung eine niedrigere mechanische Festigkeit und zer-
30 krümelt deshalb bei der Verarbeitung. Wenn man die Reaktion
unter Verwendung der geformten Mischung mit niedriger
Schüttdichte durchführt, zerkrümelt die geformte Mischung.
Das Produkt wird weniger rein, und es wird auch in einer
niedrigeren Ausbeute erhalten. Wenn die Schüttdichte oder
35 die relative Schüttdichte der geformten Mischung zu hoch

1 ist, ist die Diffusion der Nebenprodukte bei der Reaktion
nicht ausreichend, wodurch sich der Gehalt an den Neben-
produkten im Produkt erhöhen kann, bevor man das Produkt
hitzebehandelt, um die Titancarbidkristalle wachsen zu
5 lassen. Die meisten Nebenprodukte können durch die Hitze-
behandlung entfernt werden. Wenn man eine geformte Mischung
mit der vorstehend beschriebenen Schüttdichte einsetzt,
erhält man das Produkt in einer Reinheit und mit einer
Ausbeute, die in bemerkenswerter Weise hervorragend sind.

10

Der Arbeitsgang des Formens wird vorzugsweise in
einem Inertgas wie z. B. Argon, Stickstoff oder Kohlen-
dioxidgas durchgeführt. Die Gestalt und die Größe der
geformten Mischung sind nicht entscheidend. Die geformte
15 Mischung kann die Form von Pellets, Körnchen, Blöcken und
Kugeln haben.

Die Größe der Mischungsformkörper wird im Hinblick
auf die Größe und die Gestalt des Reaktors festgelegt. Im
20 allgemeinen liegen der Durchmesser und/oder die Dicke der
Mischungsformkörper im Bereich von 0,5 mm bis 200 mm. Die
Reaktion kann chargenweise oder in einem kontinuierlichen
System durchgeführt werden. Wenn die geformte Mischung aus
relativ großen Körpern besteht, zieht man insbesondere das
25 Chargensystem oder das halbkontinuierliche System vor.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann in einem Fließ-
bettsystem durchgeführt werden. In diesem Fall ist die
Größe der geformten Mischung nicht entscheidend.

30

Die Reaktion wird durchgeführt, indem man die geformte
Mischung mittels eines Inertgases fluidisiert. Das Inertgas
kann in den Kreislauf zurückgeführt werden. Daher können
die Nebenprodukte leicht abgetrennt und mit dem im Kreis-
35 lauf geführten Gas aus dem Reaktionssystem entfernt werden.

1 Außerdem kann dadurch die Menge der geformten Mischung
pro Volumeneinheit des Reaktors in vorteilhafter Weise
erhöht werden. Bei Durchführung der Reaktion im Festbett-
system kann man ähnliche Ergebnisse durch Rückführung des
5 Inertgases in den Kreislauf erzielen.

Die Reaktion wird durchgeführt, indem man die ge-
formte Mischung in einer Inertgasatmosphäre wie z. B. in
Argon und Helium oder im Vakuum erhitzt. Die Temperatur
10 für die Erhitzungsstufe ist höher als die Temperatur, die
dazu benötigt wird, um die Reaktion der Rohmaterialien
in der geformten Mischung in Gang zu bringen. Wenn die
Reaktion bei einer zu hohen Temperatur durchgeführt wird,
ergibt sich in unvorteilhafter Weise ein Verlust an Wärme-
15 energie und ein Verlust an Rohmaterial durch Verdampfung.
Die Temperatur liegt deshalb vorzugsweise in dem Tempera-
turbereich, der benötigt wird, um die Reaktion in der
geformten Mischung in Gang zu bringen, d. h. zwischen 700°C
und 1300°C.

20

Das Reaktionsprodukt wird im allgemeinen nach bekann-
ten Verfahren weiter hitzebehandelt, um ein Wachstum der
Titancarbidkristalle zu erreichen. Das hitzebehandelte
Titancarbid wird weiter durch Verfahrensschritte wie
25 Pulverisieren, Waschen, Trocknen usw. behandelt, um das
Produkt herzustellen.

Die Gestalt der geformten Mischung bleibt im erfin-
dungsgemäßen Verfahren nach der Reaktion im wesentlichen
30 erhalten. Das erfindungsgemäß hitzebehandelte Produkt
kann deshalb ohne weitere Verarbeitung verwendet werden,
während , wenn man in der Reaktion die pulverförmige
Mischung einsetzt, ohne sie geformt zu haben, das bei der
Hitzebehandlung zwecks Wachsenlassens der Titancarbid-
35 kristalle umgesetzte Produkt geformt werden muß.

1 Wenn man zur Reaktion die Rohmaterialien in der
Pulverform einsetzt, werden die Rohmaterialien zerstreut
und durch das als Nebenprodukt entstehende Metallchlorid
(z. B. im Fall der Verwendung von Aluminium als Reduktions-
5 mittel durch Aluminiumchlorid) mitgerissen, und die Aus-
beute wird verringert.

 Wenn man erfindungsgemäß für die Reaktion die geform-
te Mischung der Rohmaterialien einsetzt, werden die Roh-
10 materialien nicht zerstreut, und die Ausbeute und die Rein-
heit des Produkts Titancarbid sind höher als bei dem Pro-
dukt, das man erhält, wenn man das pulverförmige Gemisch
umsetzt, ohne es geformt zu haben. Durch die Formung des
Gemischs der Rohmaterialien erhöht sich die Schüttdichte,
15 wodurch die Menge der behandelten Materialien pro Volumen-
einheit des Reaktors erhöht wird. Die Umsetzung der in
einer Inertatmosphäre gehaltenen, geformten Mischung zur
Durchführung der Bildungsreaktion von Titancarbid ist in
bemerkenswerter Weise vorteilhaft.

20

 Das erfindungsgemäße Verfahren wird im folgenden
durch Beispiele näher erläutert.

Beispiel 1

25

 In einer mit Argon gespülten Handschuh-Box wurden
900 g Titantrichlorid (mit einem Gehalt von 22,4 % Alu-
miniumtrichlorid), 121,7 g Aluminium und 51,09 g Kohlen-
stoff vermischt. Das Gemisch wurde in eine Form gefüllt
30 und unter einem Druck von 2 t/cm² geformt. Die geformte
Mischung wurde in einen Kohlenstofftiegel (24 cm.10 cm.
8 cm) gefüllt, der an ein Reaktionssystem angeschlossen
und mit Argon gespült wurde. Die Reaktion wurde 1 h lang
unter strömendem Argon bei 1000°C durchgeführt. Die Mi-
35 schungsformkörper hatten in diesem Fall einen Durchmesser

- 1 von 30 mm, eine Dicke von 30 mm und eine Schüttdichte von 2,6 g/ml. Das Reaktionsprodukt wurde 1 h lang im Vakuum weiter auf 1500°C erhitzt.
- 5 Zum Vergleich wurden die pulverförmigen Rohmaterialien ohne Formung vermischt. Die Reaktion wurde unter den gleichen Bedingungen durchgeführt, und das Reaktionsprodukt wurde 1 h lang weiter auf 1500°C erhitzt.
- 10 Die Ergebnisse werden in Tabelle 1 gezeigt. Wenn man die Rohmaterialien vor der Umsetzung formte, war die Ausbeute höher, und man erhielt das Titancarbid mit einem höheren Gehalt an gebundenem Kohlenstoff und einem geringeren Gehalt an Sauerstoff als bei dem Vergleichsbeispiel, bei
- 15 dem die pulverförmige Mischung umgesetzt wurde. Die in der Tabelle angegebenen Daten wurden durch chemische Analyse gefunden.

Tabelle 1

20

Form der Rohmaterialien	Pulver	Geformtes Produkt
Ausbeute (%)	90	97
<u>Chemische Analyse</u>		
Kohlenstoff insgesamt (%)	19,90	20,10
freier Kohlenstoff (%)	0,15	0,10
gebundener Kohlenstoff (%)	19,75	20,00
Sauerstoff (%)	0,10	0,07
Eisenanteil (%)	0,05 >	0,05 >

809817/0838

1 Beispiel 2

In einer mit Argon gespülten Handschuh-Box wurden 664,9 g Titantrichlorid (mit einem Gehalt von 22,6 % Aluminiumtrichlorid), 246,3 g Titan-Aluminium-Legierung (TiAl) und 80 g Kohlenstoff vermischt, und das Gemisch wurde in eine Form gefüllt und unter einem Druck von 2 t/cm² geformt. Die geformte Mischung wurde in einen Kohlenstofftiegel wie in Beispiel 1 beschrieben gefüllt, der an ein Reaktionssystem 10 angeschlossen war und mit Argon gespült wurde. Die Reaktion wurde 1 h lang bei 1000°C unter strömendem Argon durchgeführt. In diesem Fall hatten die Mischungsformkörper einen Durchmesser von 30 mm, eine Dicke von 30 mm und eine Schüttdichte von 2,4 g/ml. Das Reaktionsprodukt wurde im Vakuum 1 h lang 15 weiter auf 1500°C erhitzt.

Zum Vergleich wurden die pulverförmigen Rohmaterialien ohne Formung vermischt, und die Reaktion wurde unter den gleichen Bedingungen durchgeführt. Das Reaktionsprodukt wurde 20 1 h lang weiter auf 1500°C erhitzt.

Die Ergebnisse werden in Tabelle 2 gezeigt. Wenn die Rohmaterialien vor der Umsetzung geformt wurden, war die Ausbeute höher als im Fall der Umsetzung der pulverförmigen 25 Mischung.

Tabelle 2

Form der Rohmaterialien	Pulver	Geformtes Produkt
Ausbeute (%)	92	96
<u>Chemische Analyse</u>		
Kohlenstoff insgesamt (%)	19,80	20,00
freier Kohlenstoff (%)	0,24	0,15
gebundener Kohlenstoff (%)	19,56	19,85
Sauerstoff (%)	0,20	0,10
Eisenanteil (%)	0,05 >	0,05 >

1 Beispiel 3

5 In einer mit Argon gespülten Handschuh-Box wurden
 299 g Titantrichlorid (mit einem Gehalt von 22,6 % Alumi-
 10 umtrichlorid), 54,7 g Magnesium und 18 g Kohlenstoff ver-
 mischt. Die Mischung wurde in eine Form mit einem Durch-
 messer von 30 mm gefüllt und unter einem Druck von 4 t/cm²
 geformt. Die geformte Mischung wurde in einen Kohlenstoff-
 tiegel gefüllt, der an ein Reaktionssystem angeschlossen
 15 war und mit Argon gespült wurde. Die Reaktion wurde 1 h lang
 bei 1000°C unter strömendem Argon durchgeführt. In diesem
 Fall hatte die geformte Mischung eine Schüttdichte von
 2,5 g/ml. Das Reaktionsprodukt wurde mit Wasser gewaschen,
 getrocknet und dann 1 h lang im Vakuum weiter auf 1500°C
 20 erhitzt.

Zum Vergleich wurden die pulverförmigen Rohmaterialien
 ohne Formung vermischt, und die Reaktion wurde unter den
 gleichen Bedingungen durchgeführt. Das Reaktionsprodukt
 20 wurde 1 h lang weiter auf 1500°C erhitzt.

Die Ergebnisse werden in Tabelle 3 gezeigt.

25 Wenn die Rohmaterialien vor der Umsetzung geformt
 wurden, waren die Ausbeute und die Reinheit höher als in
 dem Falle der Umsetzung der pulverförmigen Mischung.

Tabelle 3

Form der Rohmaterialien	Pulver	Geformtes Produkt
Ausbeute (%)	90	95
<u>Chemische Analyse</u>		
Kohlenstoff insgesamt (%)	20,00	20,10
freier Kohlenstoff (%)	0,15	0,10
gebundener Kohlenstoff (%)	19,85	20,00
Sauerstoff (%)	0,15	0,07
Eisenanteil (%)	0,05 >	0,05 >

809817/0838

1 Beispiel 4

5 In einer mit Argon gespülten Handschuh-Box wurden 892 g Titandichlorid, 135 g Aluminium und 90 g Kohlenstoff vermischt. Die Mischung wurde in eine Form mit einem Durchmesser von 50 mm gefüllt und unter einem Druck von 4 t/cm² geformt. Die geformte Mischung wurde in einen Kohlenstofftiegel gefüllt, der mit einem Reaktionssystem verbunden war und mit Argon gespült wurde. Die Reaktion wurde 1 h lang unter strömendem Argon bei 1000°C durchgeführt. In diesem Fall hatte die geformte Mischung eine Schüttdichte von 2,4 g/ml. Das Reaktionsprodukt wurde 1 h lang im Vakuum weiter auf 1500°C erhitzt.

15 Zum Vergleich wurden die pulverförmigen Rohmaterialien ohne Formung vermischt, und die Reaktion wurde unter den gleichen Bedingungen durchgeführt. Das Reaktionsprodukt wurde 1 h lang weiter auf 1500°C erhitzt. Wenn die Rohmaterialien vor der Umsetzung geformt wurden, war die Ausbeute höher als in dem Fall der Umsetzung der pulverförmigen Mischung. Die Ergebnisse werden in Tabelle 4 gezeigt.

Tabelle 4

Form der Rohmaterialien	Pulver	Geformtes Produkt
Ausbeute (%)	91	97
<u>Chemische Analyse</u>		
Kohlenstoff insgesamt (%)	19,90	20,00
freier Kohlenstoff (%)	0,05	0,05
gebundener Kohlenstoff (%)	19,85	19,95
Sauerstoff (%)	0,10	0,05
Eisenanteil (%)	0,05 >	0,05 >

1 Beispiel 5

Ein Gemisch der Rohmaterialien wie in Beispiel 1 beschrieben wurde unter Bildung von Mischungsformkörpern, die einen Durchmesser von 5 mm, eine Dicke von 5 mm und eine Schüttdichte von 2,0 g/ml hatten, geformt. 450 g der geformten Mischung wurden in einen Fließbettreaktor gefüllt, der einen Innendurchmesser von 50 mm und eine Höhe von 1000 mm hatte und der mit einer perforierten Platte ausgestattet war, die viele Poren (1 mm \varnothing) enthielt. Um Fließbettbedingungen aufrechtzuerhalten, wurde vom Reaktorboden her Argongas mit einer Geschwindigkeit von 10 l/min bis 20 l/min zugeführt, und der Innenraum des Reaktors wurde auf 1000°C erhitzt. Das Argongas wurde aus dem Reaktordeckel ausströmen gelassen und in den Kreislauf zurückgeführt, wobei das als Nebenprodukt entstehende Aluminiumchlorid außerhalb des Reaktors im Kreislaufführungssystem gesammelt und abgetrennt wurde. Nach einstündiger Reaktion wurde das Reaktionsprodukt 1 h lang auf 1500°C erhitzt.

Die Ergebnisse der Analyse des Reaktionsprodukts werden in Tabelle 5 gezeigt.

Tabelle 5

Ausbeute (%)	97
<u>Chemische Analyse</u>	
Kohlenstoff insgesamt (%)	20,01
freier Kohlenstoff (%)	0,07
gebundener Kohlenstoff (%)	19,94
Sauerstoff (%)	0,10
Eisenanteil (%)	0,05>

1 Beispiel 6

Die Reaktion und die Hitzebehandlung wurden wie in
Beispiel 1 beschrieben durchgeführt, doch wurde das unter
5 einem Druck von 0,2 t/cm² komprimierte geformte Gemisch
eingesetzt.

Die Schüttdichte des geformten Gemischs betrug
1,2 g/ml.

10

Die Ergebnisse werden in Tabelle 6 gezeigt.

Tabelle 6

15	Form der Rohmaterialien	Geformte Mischung
	Ausbeute (%)	94
	<u>Chemische Analyse</u>	
	Kohlenstoff insgesamt (%)	19,85
20	freier Kohlenstoff (%)	0,15
	gebundener Kohlenstoff (%)	19,70
	Sauerstoff (%)	0,10
	Eisenanteil (%)	0,05 >

25

Beispiel 7

Die Reaktion und die Hitzebehandlung wurden wie in
Beispiel 1 beschrieben durchgeführt, doch wurde die unter
30 einem Druck von 10 t/cm² oder 2 t/cm² geformte Mischung ein-
gesetzt. Die Schüttdichte der geformten Mischungen betrug
4 g/ml bzw. 2,6 g/ml.

Die beiden vorstehend beschriebenen, geformten
35 Mischungen enthielten folgende Mengen an Aluminium- und
Chlorbestandteilen:

809817/0836

Tabelle 7

Kompressionsdruck (t/cm ²)	10	2
Schüttdichte (g/ml)	4	2,6
Aluminiumgehalt (%)	2,3	0,3
Chlorgehalt (%)	5,2	0,1

Nach der Umsetzung und der Hitzebehandlung ergaben sich folgende Werte der chemischen Analyse und folgende Ausbeuten der Produkte:

Tabelle 8

Kompressionsdruck (t/cm ²)	10	2
Schüttdichte (g/ml)	4	2,6
Ausbeute (%)	95	97
<u>Chemische Analyse</u>		
Kohlenstoff insgesamt (%)	19,90	20,10
freier Kohlenstoff (%)	0,15	0,10
gebundener Kohlenstoff (%)	19,75	20,00
Sauerstoff (%)	0,10	0,07
Eisenanteil (%)	0,05 >	0,05 >